

PAT-NO: JP02001104769A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001104769 A

TITLE: APPARATUS FOR FEEDING VOLATILE SUBSTANCE AND
METHOD FOR
CONTROLLING THE SAME

PUBN-DATE: April 17, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TSUBOI, HIDEYUKI	N/A
HATTA, NAOKI	N/A
INABA, TOSHIHARU	N/A

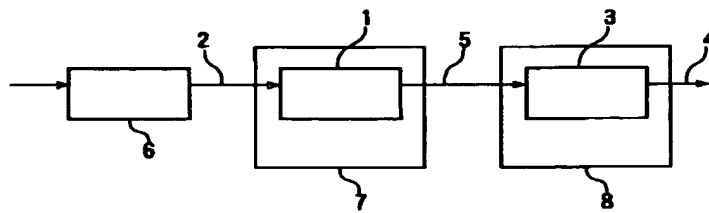
INT-CL (IPC): B01J004/02, C23C016/448 , G05D023/00

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an apparatus for feeding a volatile substance and a method for controlling the apparatus capable of stably performing a quantitative feeding of a small amount of the volatile substance.

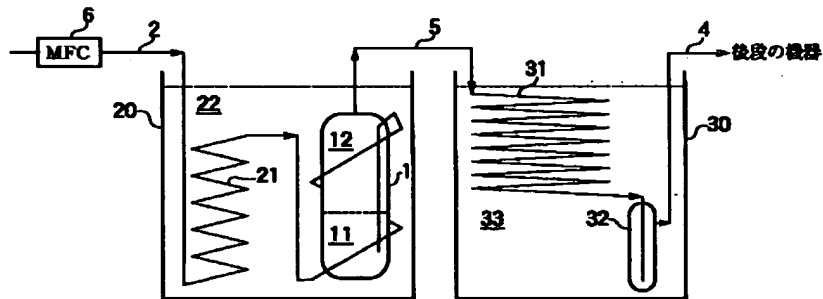
SOLUTION: This apparatus for feeding a volatile substance comprises a vaporizer 1 for vaporizing a volatile substance liquid a condenser 3 for condensing part of the vaporized volatile substance gas, a carrier gas feeding pipe 2 for feeding the vaporizer with a carrier gas, a connection pipe 5 for connecting the vaporizer and the condenser, a mixed gas conveyance pipe 4 for conveying the volatile substance gas in the condenser together with the carrier gas out of a system, a carrier gas flow rate regulator 6 for regulating feeding quantity of the carrier gas, a vaporizer temperature controller 7 for controlling temperature of the vaporizer at a specified temperature and a condenser temperature controller 8 for controlling temperature of the condenser at a constant temperature. A method for controlling the above apparatus keeps temperature of the carrier gas feeding pipe at the temperature of the vaporizer, the temperature of the vaporizer at a temperature permitting a more amount of the volatile substance than a saturated vapor amount at the temperature of the condenser to be vaporized and the temperature of the condenser at a temperature at which a necessary amount of the volatile

【図1】



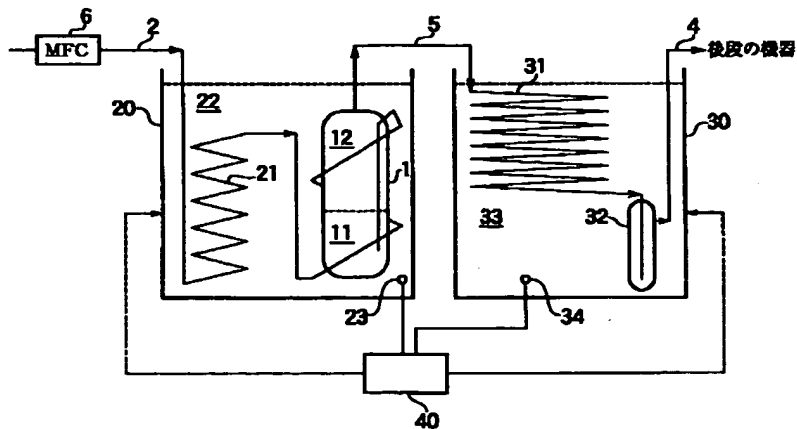
- 1: 気化器
- 2: 搬送ガス供給配管
- 3: 凝縮器
- 4: 混合ガス輸送配管
- 5: 連結配管
- 6: 搬送ガス流量制御器
- 7: 気化器温度制御装置
- 8: 凝縮器温度制御装置

【図2】



- 2: 搬送ガス供給配管
- 4: 混合ガス輸送配管
- 5: 連結配管
- 6: 搬送ガス流量制御器
- 11: 揮発性物質液
- 12: 揮発性物質ガス
- 20: 気化器恒温槽
- 21: 予熱配管
- 22: シリコンオイル
- 30: 凝縮器恒温槽
- 31: 冷却管
- 32: 凝縮液捕集器
- 33: シリコンオイル

【図3】



- 23、34: 温度計
- 40: 温度制御器

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the feeder and its control approach of volatile matter. In more detail The constant feeding of the volatile source material to a gas reactor, For example, doping material in supply of the liquid reacting matter to a small catalytic-reaction testing device, and semiconductor fabrication machines and equipment or CVD, For use in broad fields, such as controlled atmosphere manufacture in the testing device which simulates the constant feeding of source materials, such as VPE, or a specific environment, and gas conditioning of general circulation gas, [suitable] It is related with the feeder and its control approach of the volatile matter equipped with the manufacturing installation of the mixed gas which contains the volatile matter of a very small constant rate as evaporation gas.

[0002]

[Description of the Prior Art] The approach of mixing with the carrier gas of the specified quantity the gas which carried out the quantum of the volatile matter before evaporating, for example as an approach of preparing the mixed gas which contains the volatile matter of the specified quantity as evaporation gas with the exact constant feeding means (it is a metering pump if an object is a liquid), and the carburetor was made to supply and evaporate this conventionally, and was evaporated is learned. However, by this approach, to carry out little adjustment of the mixed gas containing very low-concentration volatile matter, a highly precise metering pump is required, such equipment is very expensive, and it is not marketed in many cases. For example, **1 ppm In order to prepare H₂ O content gas by 1l. / min in the precision of concentration, it is 0.8pl (pico liter = 10⁻⁹l.). A highly precise metering pump called /min is needed, and such equipment is not realistic at all.

[0003] Moreover, by maintaining volatile matter at constant temperature under a constant pressure into carrier gas, this volatile matter is evaporated by fixed steamy concentration, and the approach of mixing is learned. Drawing 6 is the explanatory view of the feeder of the volatile matter of such a conventional technique. In drawing 6, the feeder of this volatile matter stores volatile-matter liquid 63, and consists of the carburetor 61 which makes volatile-matter gas 62 evaporate this matter liquid 63; carrier gas piping 65 which supplies carrier gas 60 to this carburetor 61, and mixed-gas transportation piping 66 which conveys the volatile-matter gas 64 evaporated with the carburetor 61 to the various devices besides a system with carrier gas 60. In addition, the above-mentioned carburetor 61 is kept warm by the fixed temperature which can evaporate volatile-matter liquid 63. In such a configuration, it is evaporated within a carburetor 61, and becomes volatile-matter gas (it may only be hereafter called evaporation gas) 64, carrier gas 60 is mixed, and volatile-matter liquid 63 is supplied to the various devices of the consecutiveness which is not illustrated through the mixed-gas transportation piping 66.

[0004] In such equipment, if carrier gas 60 can be made to mix the gas 64 which made volatile matter 63 evaporate sufficiently promptly until it reached maximum vapor tension within a carburetor, the ideal amount of partial pressures can maintain to stability, and the supply of it by which the volatile matter supplied to various consecutive devices was stabilized will be attained. However, with the above-

mentioned equipment, since a limitation is in the rate which makes volatile matter evaporate, the evaporation capacity in mixed gas becomes less than the ideal amount of partial pressures under maximum vapor tension considerably. If a carrier gas flow rate and an evaporation rate are still kept constant in this case, it is possible to supply volatile matter which the dynamic-balance condition was maintained and was stabilized. However, generally, a carrier gas flow rate tends to receive disturbance, such as change of the stereo product by fluctuation of outside air temperature, and the stable supply is difficult for it. Moreover, since only the amount very smaller than the amount of supply estimated from the vapor pressure curve in the state of a dynamic balance was conveyed, it was difficult to predict the amount of supply of volatile matter correctly in advance.

[0005] therefore, it be actual that it cannot but depend for operation (setup of the temperature of each part, a flow rate, etc.) of a feeder on experience, the precision and the constant feeding nature of evaporation gas concentration in the mixed gas of volatile matter fell, the stability and the repeatability of data measure by the various devices of the consecutiveness measure using this gas fell, error range become large and, for this reason, there be a problem that where of quality of the product *(ed) by measurement etc. cannot be guarantee.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The technical problem of this invention solves the problem of the above-mentioned conventional technique, and is to offer the feeder and its control approach of the volatile matter which can carry out constant feeding of the volatile matter (the solid sublimability matter is also included besides a liquid) of a minute amount to stability.

[0007]

[Means for Solving the Problem] A supplying [the volatile matter of a fixed minute amount]-to stability header and this invention are reached by this invention persons maintaining the carburetor section prepared in the preceding paragraph to an elevated temperature, as a result of examining the above-mentioned technical problem wholeheartedly, making an excessive quantity of volatile matter evaporate, making a part for the excess of evaporation gas condense after that in the condenser section prepared in the latter part, and making the condition (condition near a static balance) near the maximum vapor tension of volatile matter. That is, the invention by which a patent claim is carried out by this application is as follows.

[0008] (1) The carburetor which evaporates the stored volatile-matter liquid, and the condenser which condenses a part of volatile-matter gas evaporated with this carburetor, The carrier gas charging line which supplies carrier gas to this carburetor, and connection piping which connects this carburetor and a condenser, Mixed-gas transportation piping which conveys the volatile-matter gas of this condenser out of a system with carrier gas, The feeder of the volatile matter characterized by having the carrier gas rate controller which controls the amount of supply of said carrier gas, the carburetor temperature controller which maintains the temperature of said carburetor to predetermined temperature, and the condenser temperature controller which maintains the temperature of said condenser to fixed temperature.

(2) The feeder of volatile matter given in (1) characterized by having the condensate collector to which said condenser carries out uptake of the cooling pipe which condenses a part of volatile-matter gas, and the condensed volatile matter, and said carburetor temperature controller and a condenser temperature controller having a thermostat, respectively.

[0009] (3) The thermometer which measures each temperature of said carburetor and a condenser, The temperature of this carburetor is controlled to the temperature whose amount of the volatile matter evaporated with this carburetor increases more than the amount of saturated steam of the volatile matter in the temperature of a condenser. And the feeder of volatile matter given in (1) characterized by establishing the temperature control means which the volatile matter of the amount which needs the temperature of this condenser controls to the temperature acquired as evaporation gas, or (2).

(4) It faces using the feeder of volatile matter given in either of (1) - (3). The temperature of a carrier gas charging line is maintained by the temperature of a carburetor, and it is maintained by the temperature which the volatile matter of an amount with more temperature of this carburetor than the amount of saturated steam of the volatile matter in the temperature of a condenser evaporates. The control approach

of the feeder of the volatile matter characterized by controlling so that the volatile matter of the amount which the temperature of connection piping and mixed-gas transportation piping is furthermore maintained by the temperature which volatile-matter gas does not condense, and the temperature of this condenser needs is maintained by the temperature acquired as mind gas.

[0010] In the feeder of volatile matter given in (5), (2), or (3) The sensor which measures the amount of condensates by which uptake was carried out to said condensate collector, and the volatile-matter volume in a carburetor, respectively, So that the amount of condensates by which uptake was carried out to said condensate collector based on a means to make said carburetor circulate through all or a part of condensates of this condensate collector, and the signal of said sensor, and/or the volatile-matter volume in a carburetor may become fixed The feeder of the volatile matter characterized by forming the controller which controls the circulating load of condensation liquid intermittently or continuously.

The control approach of the feeder of the volatile matter characterized by controlling the circulating load of a condensate intermittently or continuously so that it may face using the feeder of volatile matter given in (6) and (5), the amount of condensates by which uptake was carried out to said condensate collector, and the volatile-matter volume in a carburetor may be measured and said amount of condensates and/or volatile-matter volume may become fixed based on this measured value.

[0011] In the feeder of volatile matter given in (7), (2), or (3) The sensor which measures the amount of condensates by which uptake was carried out to said condensate collector, and the volatile-matter volume in a carburetor, respectively, So that said amount of condensates and/or volatile-matter volume may become fixed based on a means to discharge the condensate of this condensate collector out of a system, a means to supply volatile-matter liquid to said carburetor, and said sensor signal The feeder of the volatile matter characterized by forming the controller which controls the amount of supply of the volatile matter supplied to the discharge and carburetor of condensation volume intermittently or continuously.

The control approach of the feeder of the volatile matter characterized by controlling the amount of supply of the volatile-matter liquid supplied to the discharge and carburetor of a condensate intermittently or continuously so that it faces using the feeder of the volatile matter of (8) and (7), the amount of condensates by which uptake was carried out to said condensate collector, and the volatile-matter volume in a carburetor are measured and said amount of condensates and/or volatile-matter volume become fixed based on this measured value.

[0012] (9) The feeder of volatile matter given in either [which is characterized by said volatile matter being an organic compound or water] (1), (2), (4), (5) and (7).

(10) The control approach of the feeder of volatile matter given in either [which is characterized by said volatile matter being an organic compound or water] (3), (6) and (8).

[Embodiment of the Invention] Hereafter, although a drawing explains this invention, this invention is not limited to these.

[0013] Drawing 1 is the explanatory view of the feeder of the volatile matter in which one example of this invention is shown. The carburetor 1 which evaporates the volatile-matter liquid with which this feeder was stored in drawing 1 , The condenser 3 which condenses a part of volatile-matter gas evaporated with this carburetor 1, The carrier gas charging line 2 which supplies carrier gas to this carburetor 1, and the connection piping 5 which connects this carburetor 1 and a condenser 3, The mixed-gas transportation piping 4 which conveys the volatile-matter gas of this condenser 1 out of a system with carrier gas, It has the carrier gas rate controller 6 which controls the amount of supply of said carrier gas, the carburetor temperature controller 7 which maintains the temperature of said carburetor 1 to predetermined temperature, and the condenser temperature controller 8 which maintains the temperature of said condenser 3 to fixed temperature. In such equipment, the flow rate is adjusted by the carrier gas rate controller 6, and carrier gas, such as N₂, helium, H₂, and air, is supplied to a carburetor 1, and is mixed with the volatile-matter gas evaporated with this carburetor 1. This mixed gas is supplied to a condenser 3 through the connection piping 5, a part of volatile-matter gas in mixed gas is condensed, and the mixed gas of remaining volatile-matter gas and carrier gas is supplied to the various devices of the back wash which is not illustrated through the mixed-gas transportation piping 4.

[0014] The temperature of said carburetor 1 is set as the temperature whose amount of volatile matter evaporated with this carburetor with the carburetor temperature controller 7 increases more than the amount of saturated steam of this matter in the temperature of a condenser 3, and the temperature of the condenser 3 of an after that style is set as the temperature in which the amount of the volatile matter needed by the various devices of back wash can exist as evaporation gas. Therefore, in a condenser 3, the evaporation gas (volatile-matter gas) of an excessive amount which occurred with the carburetor 1 can be made to condense, since the volatile-matter gas supplied to the various devices of back wash can be changed into the condition (condition near a static balance) near the maximum vapor tension in the temperature of a condenser, it is stabilized, the gas near the amount of theory can be supplied, and the range of fluctuation of the amount of supply can also be lessened sharply. In addition, control of the amount of the volatile matter evaporated with a carburetor 1, the amount of condensation condensed with a condenser 3, and the amount of supply of the volatile matter to the exterior can be performed even if it controls not only the temperature of a carburetor 1 and a condenser 3 but these pressures.

[0015] Drawing 2 is the explanatory view of the feeder of the volatile matter in which other examples of this invention are shown. In drawing 2, a different point from drawing 1 constitutes the cooling pipe 31 which condenses a part of volatile-matter gas for a condenser 3, and the condensed volatile matter from a condensate collector 32 which carries out uptake. As said carburetor temperature controller 7 and a condenser temperature controller 8 It is the point of silicone oils 22 and 33 installing the carburetor thermostat 20 and the condenser thermostat 30 with which it filled up, respectively, and having made it pass the inside of the silicone oil 22 of the carburetor thermostat 20 by considering piping of a part of carrier gas charging line 2 as the preheating piping 21.

[0016] A carburetor 1 is heated by the silicone oil 22 heated at the heater which is not illustrated, and makes volatile-matter liquid 11 evaporate in such a configuration. It accompanies to this carrier gas and the volatile-matter gas 12 which the carrier gas of a constant rate was supplied to the volatile-matter liquid 11 of a carburetor 1 from the carrier gas charging line 2 through the carrier gas rate controller 6, and was evaporated is supplied to a cooling pipe 31 through the connection piping 5. The cooling pipe 31 and the condensate collector 32 are maintained by predetermined temperature (temperature from which the volatile matter which is lower than the temperature of a carburetor 1 and is needed by back wash is obtained) through the silicone oil 33 with which the condenser thermostat 30 was filled up, the volatile-matter gas 12 supplied to the cooling pipe 31 condenses the volatile matter for an excess in this temperature, and uptake of the condensed volatile-matter liquid is carried out to the condensate collector 32. Then, it is accompanied to carrier gas and the volatile-matter gas 12 of the amount of saturated steam in this temperature that remained without condensing is conveyed to the device besides a system, for example, a reactor etc., through the mixed-gas transportation piping 4.

[0017] Since according to such a feeder the temperature of a carburetor 1 and a condenser 3 can be uniformly maintained with each thermostat 20 and 30 and a condenser 3 consists of a cooling pipe 31 and a condensate collector 32, a condensate and mixed gas are certainly separable, and since the temperature of the carrier gas further supplied to a carburetor is maintainable to the same temperature as the temperature of this carburetor 1 with the preheating piping 21, continuation supply of the stable volatile matter covered over a long period of time is attained.

[0018] In this invention, as for the cooling pipe 31 in the condenser thermostat 30, it is desirable to install so that a condensate may flow in the lower part from the upper part of the condenser thermostat 30 in order to prevent lock out of the cooling pipe by condensation of volatile-matter gas. Moreover, in order to avoid the effect of outside air temperature, as for the part exposed from the silicone oil of the connection piping 5 which connects a carburetor 1 and a cooling pipe 31, and the mixed-gas transportation piping 4, it is desirable to fully carry out heating incubation at a heater etc. It is desirable to carry out heating incubation especially of the mixed-gas transportation piping 4 at the temperature more than the boiling point of volatile matter at the point which prevents condensation of volatile-matter gas and stabilizes the amount of supply to a latter device.

[0019] Moreover, the temperature which can make more volatile matter than the amount of saturated steam of volatile matter [in / for the temperature of the carburetor thermostat 20 / the temperature of the

condenser thermostat 30] evaporate in case the above-mentioned feeder is used controlling each temperature to maintain to the temperature from which the volatile matter of the amount which maintains to (for example, temperature higher than the temperature of the condenser thermostat 30), and needs the temperature of the condenser thermostat 30 by the various devices of back wash is obtained as evaporation gas – things are desirable. Drawing 3 is the explanatory view of the feeder of the volatile matter in which the example of further others of this invention is shown. In drawing 3 , a different point from drawing 2 is a point of having formed the temperature selector 40 which installs the thermometers 23 and 24 which measure the temperature of the silicone oils 22 and 33 of the carburetor thermostat 20 and the condenser thermostat 30, respectively, and controls each temperature of the carburetor thermostat 20 and the condenser thermostat 30 to predetermined temperature based on the measured temperature.

[0020] In this equipment, it is controlled and the temperature of the carburetor heating tub 20 is maintained so that it may become the temperature which is the temperature whose amount of the volatile matter evaporated with a carburetor 1 increases more than the theoretical value (the amount of saturated steam) calculated from the maximum vapor tension of this matter in the predetermined temperature of a condenser thermostat, and is extent in which this volatile matter does not deteriorate with heating. On the other hand, the temperature of the condenser thermostat 30 also takes into consideration relation with a carrier gas flow rate, for example, considers that there is not too much carrier gas relatively to the amount of volatilization of volatile matter, is calculated automatically by computer, and is controlled by the temperature from which it is the amount of saturated steam of volatile matter at least, and the desired amount of supply is obtained. According to such a feeder, since the temperature of the carburetor thermostat 20 and the condenser thermostat 30 can be automatically controlled to desired temperature, the temperature control stabilized more becomes possible, and supply of the volatile matter stabilized more as a result is attained, and prolonged automated system operation also becomes possible. Moreover, by performing control to which the temperature of each thermostat is changed by predetermined time, operation to which volatile-matter concentration is changed in time also becomes possible.

[0021] Drawing 4 is the explanatory view of the feeder of the volatile matter in which the example of further others of this invention is shown. The sensors 24 and 35 which measure the amount of condensates by which uptake of the different point from drawing 2 was carried out to the condensate collector 32 in drawing 4 , and the volatile-matter volume in a carburetor 1, respectively, The piping 36 which makes said carburetor 1 circulate through all or a part of condensates 37 of this condensate collector 32, The pump 42 and valve 43 which adjust the circulating load of the condensate 37 prepared in piping 36, It is having formed the controller 41 which controls the circulating load of condensation liquid 37 intermittently or continuously so that the amount of condensates by which uptake was carried out to the condensate collector 32 based on the signal of said sensors 24 and 35, and/or the volatile-matter volume in a carburetor 1 may become fixed.

[0022] In this equipment, it acts to a controller 41 as the monitor of the amount of uptake of a condensate 37 and the residue of the volatile-matter liquid 11 of a carburetor body by which uptake was carried out to the condensate collector 32 through sensors 24 and 35, respectively. When it is detected that the amount of uptake of the condensate 37 by which uptake was carried out, and/or the residue of the volatile-matter liquid 11 of a carburetor 1 reached the specified quantity Open a valve 43 and a pump 42 is made to operate, and after making all or a part of condensates 37 flow back to a carburetor 1 and carrying out specified quantity reflux, it is controlled to close a valve 43. According to such equipment, it becomes possible to use all effectively, without making useless volatile matter by which uptake was carried out to the condensate collector 32. Moreover, like water, to heating of long duration, the target volatile matter is useful [this equipment], especially when the stable matter and volatile matter are expensive. Since the supplement to the carburetor of volatile matter and the discharge from a condenser continue at a long period of time and furthermore become unnecessary, it becomes possible to perform prolonged continuation uninhabited unattended operation.

[0023] Drawing 5 is the explanatory view of the feeder of the volatile matter in which the example of

further others of this invention is shown. The sensors 24 and 35 which detect the amount of uptake of a condensate 37 and the residue of the volatile-matter liquid 11 of a carburetor 1 by which uptake of the different point from drawing 2 was carried out to the condensate collector 32 in drawing 5, respectively, Piping 47, the pump 46, and exhaust valve 48 for discharging all or a part of condensates 37, when it is detected that the amount of uptake of the condensate 37 by which uptake was carried out, and/or the residue of the volatile-matter liquid 11 of a carburetor 1 reached the specified quantity, It is having formed piping 50, the pump 44, and the volatile-matter liquid tank 45 for supplying new volatile-matter liquid to a carburetor 1, and having formed the controller 49 which controls these automatically further. [0024] In this equipment, it acts to a controller 49 as the monitor of the amount of uptake of a condensate 37 and the residue of the volatile-matter liquid 11 of a carburetor 1 by which uptake was carried out to the condensate collector 32 through sensors 24 and 35. When it is detected that the amount of uptake of the condensate 37 by which uptake was carried out, and/or the residue of the volatile-matter liquid 11 of a carburetor 1 reached the specified quantity It is controlled to discharge all or a part of condensates 37, to open an exhaust valve 48, to operate a pump 46, to get mixed up at the same time it closes an exhaust valve 48 after that, to operate a pump 44, and to carry out specified quantity supply of the volatile-matter liquid new to a carburetor 1. Unattended operation becomes possible in the condition uninhabited for a long period of time about the discharge from supply and a condenser to the carburetor of volatile matter, without according to such equipment, an operator touching this volatile matter directly, when volatile matter is harmful matter. Moreover, when it is the matter with which volatile matter tends to deteriorate at the carburettor temperature and/or condenser temperature under the operation, while being able to supply this always new volatile matter, the danger of the matter which this deteriorated evaporating and mixing in carrier gas can be decreased by discharging the matter which deteriorated automatically.

[0025] As for the carrier gas used for this invention, it is desirable to choose suitably according to the process in the class of volatile matter and various latter devices, for example, although based also on an application, when it is required that volatile matter should not be affected, it is desirable to use inert gas, such as N₂ and helium, or hydrogen gas, air, etc. Moreover, there is especially no limit, and according to the purpose for spending, it chooses suitably, and is used for the volatile matter used for this invention, for example, an organic compound and water are mentioned. In the case of an organic compound, by using as an organometallic compound the metal which does not have volatility alone, it is stabilized and a minute quantity of evaporation gas can be supplied. Moreover, it is applicable also to adequate supply of the minute amount of this matter to the small testing device using a harmful organic compound (for example, toxic substance which has the benzene ring). It is useful when manufacturing the gas which contains a minute quantity of organic harmful matter especially. When volatile matter is water, it becomes possible to perform control of the content water vapor content of the controlled atmosphere in the testing device which simulates a specific environment, and gas conditioning of general circulation gas.

[0026]

[Example] Hereafter, although an example explains this invention concretely, this invention is not limited to these.

It operated on condition that the following using the feeder of example 1 drawing 2, and the amount of supply of the volatile matter (o-chlorophenol) to a latter device (reactor) was measured.

<service-condition> volatile-matter: -- o-chlorophenol carrier gas: -- N₂ carrier-gas flow rate: -- 5sccm (five cc/m)

Stainless-steel tubing connection piping with a temperature: 110 degree-C cooling-pipe:bore [of temperature: 67 degree C which is a condenser thermostat, 69 degrees C, and 77 degree-C carburetor heating tub / of 2mm], and an overall length of 6m: It was heated and kept warm at 130 degrees C using a ribbon heater and aluminum foil.

Transportation piping: It was heated and kept warm at 200 degrees C using a ribbon heater and aluminum foil.

Uptake of the gas sampled : supplied was carried out by the acetone trap in the latter part, and the

quantum was carried out by the gas chromatograph.

[0027] The amount of supply of the o-chlorophenol actually measured to theoretical amount-of-supply 41.4 mg/hr calculated from the maximum vapor tension of o-chlorophenol with a temperature [of a condenser thermostat] of 69 degrees C as a result of setting the temperature of a <experiment 1> condenser thermostat as 69 degrees C and examining it was 39.5 mg/hr. The amount of supply of this o-chlorophenol is an amount equivalent to 95% of the above-mentioned amount of theory, and it turned out that it is operated in the condition near a static balance.

The amount of supply of o-chlorophenol was measured 4 times each about the case where the temperature of a <experiment 2> condenser thermostat is set as 67 degrees C, 69 degrees C, 70 degrees C, and 77 degrees C, respectively. Although this result was shown in Table 1, it turned out that fluctuation of the amount of supply of o-chlorophenol is less than **1%.

[0028]

[Table 1]

温度	測定1	測定2	測定3	測定4	平均	変動幅
67℃	35.0	35.4	35.5	34.9	35.2	0.9%
69℃	39.6	39.4	39.3	39.5	39.5	0.4%
77℃	55.3	55.7	54.9	55.6	55.4	0.7%

*) 温 度 : 凝縮器恒温槽の温度

測定値 : オークロロフェノール供給量 (単位mg/hr)。

変動幅 : ((その温度での最大値-最小値) / 2) / 全測定値の平均。

[0029] In example 2 example 1, the same trial (experiment 1) as an example 1 was performed except having used the feeder (temperature automatic-control mold) of drawing 3 . Consequently, the averages of four measurement are 39.8 mg/hr and it turned out that the amount of 96% of a theoretical value is supplied.

[0030] It operated on condition that the following using the conventional feeder of example of comparison 1 drawing 6 , the o-chlorophenol amount of supply was measured, and the result was shown in Table 2.

<service-condition> volatile-matter: -- o-chlorophenol carrier gas: -- N2 carrier-gas flow rate: -- 5sccm (five cc/m)

The temperature:69 degree-C sampling which is a carburetor: Uptake of the supplied gas was carried out by the acetone trap in the latter part, and the quantum was carried out by the gas chromatograph.

[0031]

[Table 2]

測定 1 回目	測定 2 回目	測定 3 回目	測定 4 回目
6.2mg/hr	4.6mg/hr	7.0mg/hr	4.9mg/hr

The amount of o-chlorophenol in the mixed gas fully obtained actually to the theoretical amount of supply at the time of assuming that the evaporation supply of the o-chlorophenol can be carried out being 41.4 mg/hr in the carburetor so that maximum vapor tension might be reached with this equipment was that amount that is only 11 - 17%, and its range of fluctuation was also very large.

[0032]

[Effect of the Invention] According to this invention (invention concerning claims 1-10), the

temperature of a carburetor can be set as the temperature whose amount of volatile matter evaporated with a carburetor increases more than the amount of saturated steam of this matter in the temperature of a condenser. Moreover, since the gas which is made to condense this matter of an excessive amount in the condenser of an after that style, and is supplied to the exterior can be changed into the condition (condition near a static balance) near the maximum vapor tension in condenser temperature, It is stabilized, the gas near the amount of theory can be supplied, and it becomes possible to also lessen sharply the range of fluctuation of the amount of supply. Moreover, while a condensate and mixed gas are certainly separable by attaining operation which carried out collapsibility stability to it being possible to maintain the temperature of a carburetor and a condenser uniformly with a thermostat, and constituting a condenser from a cooling pipe and a condensate collector, continuous running of long duration becomes possible. By furthermore controlling the temperature of a carburetor and a condenser automatically, the temperature control stabilized more becomes possible, and prolonged automated system operation also becomes possible. Moreover, operation to which volatile-matter concentration is changed in time also becomes possible by performing control to which the temperature of each part is changed by predetermined time.

[0033] Since the supplement to the carburetor of volatile matter and the discharge from a condenser continue at a long period of time and become unnecessary while being able to use it, without making volatile matter useless by making the volatile matter by which uptake was carried out with the condenser further again flow back to a carburetor automatically when volatile matter is expensive, it becomes possible to perform prolonged continuation uninhabited unattended operation. Moreover, when volatile matter is harmful matter, the effectiveness which was excellent also the point on an operator's environmental sanitation is acquired. It can prevent that supply of always new volatile matter is attained, and the deterioration matter is supplied by establishing the supply means to automatic discharge of a condensate, and the carburetor of new volatile matter, without making a carburetor circulate through the volatile matter by which uptake was carried out with the condenser, when it is easy to pyrolyze volatile matter further again. Alone by using an organic compound as volatile matter further again, it enables it to also stabilize the metal which does not have volatility and to supply a minute quantity of evaporation gas. Moreover, it is applicable also to adequate supply of the minute amount of this matter to the small testing device using a harmful organic compound (for example, toxic substance which has the benzene ring). Moreover, by using water as volatile matter, it becomes possible to perform control of the content water vapor content of the controlled atmosphere in the testing device which simulates a specific environment, and gas conditioning of general circulation gas.

[Translation done.]

First Hit**End of Result Set**

L1: Entry 1 of 1

File: DWPI

Apr 17, 2001

DERWENT-ACC-NO: 2001-435753

DERWENT-WEEK: 200147

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Volatiles supply apparatus for semiconductor manufacturing apparatus and catalytic reaction test device has temperature controller maintaining temperature of vaporizer and condenser to two different preset temperature

PATENT-ASSIGNEE: MITSUI ENG & SHIPBUILDING CO LTD (MITB)

PRIORITY-DATA: 1999JP-0283172 (October 4, 1999)

Search Selected

Search ALL

Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> JP 2001104769 A	April 17, 2001		010	B01J004/02

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP2001104769A	October 4, 1999	1999JP-0283172	

INT-CL (IPC): B01 J 4/02; C23 C 16/448; G05 D 23/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2001104769A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - A supply piping (2) supplies carrier gas to vaporizer (1) which vaporizes carrier gas. A condenser (3) connected to vaporizer through piping (5), condenses portion of vaporized volatile gas. The resultant mixed gas is supplied through piping (4). The temperature controllers (7,8) respectively maintain temperature of vaporizer and condenser to two different preset temperature.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for volatiles supply apparatus control method.

USE - Supplying volatiles used for production of predetermined atmospheric condition and for humidity control of circulation gas, for use in test device and semiconductor manufacturing apparatuses such as chemical vapor deposition (CVD), vapor phase epitaxy apparatus.

ADVANTAGE - As temperature of vaporizer and condenser is suitably maintained by controller, stable and prolonged continuous automatic operation can be performed. Maintains environmental hygiene, when volatiles are toxic substances.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows the explanatory diagram of volatiles supply apparatus. (Drawing includes non-English language text).

Vaporizer 1

Supply piping 2

Condenser 3

Pipings 4,5

Temperature controllers 7,8

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2001104769A
EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/6

DERWENT-CLASS: L03 M13 T06
CPI-CODES: L04-C01A; L04-C01B; L04-D01; L04-D10; M13-E07;
EPI-CODES: T06-B13;

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-104769

(P2001-104769A)

(43)公開日 平成13年4月17日(2001.4.17)

(51)IntCl'	識別記号	F I	テマコード(参考)
B 0 1 J 4/02		B 0 1 J 4/02	A 4 G 0 6 8
C 2 3 C 16/448		C 2 3 C 16/448	4 K 0 3 0
// G 0 5 D 23/00		G 0 5 D 23/00	D 5 H 3 2 3

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 10 頁)

(21)出願番号 特願平11-283172

(22)出願日 平成11年10月4日(1999.10.4)

(71)出願人 000005902

三井造船株式会社

東京都中央区築地5丁目6番4号

(72)発明者 坪井 秀行

千葉県市原市八幡海岸通1番地 三井造船
株式会社千葉事業所内

(72)発明者 八田 直樹

千葉県市原市八幡海岸通1番地 三井造船
株式会社千葉事業所内

(74)代理人 100076587

弁理士 川北 武長

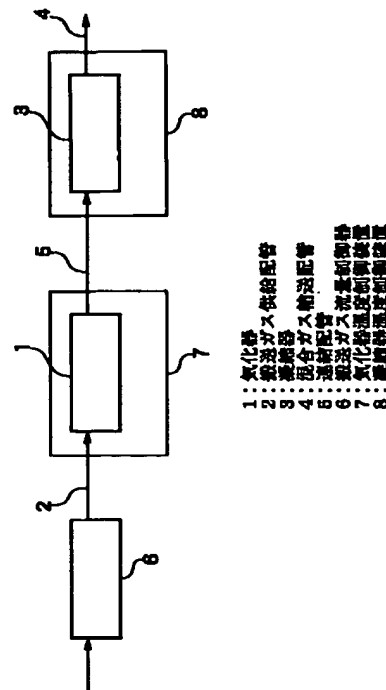
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 揮発性物質の供給装置およびその制御方法

(57)【要約】

【課題】微量の揮発性物質の定量供給を安定に行うことができる揮発性物質の供給装置およびその制御方法を提供する。

【解決手段】(1)揮発性物質液を気化する気化器1、気化した揮発性物質ガスの一部を凝縮する凝縮器3、気化器に搬送ガスを供給する搬送ガス供給配管2、気化器および凝縮器を連結する連結配管5、凝縮器の揮発性物質ガスを搬送ガスとともに系外に輸送する混合ガス輸送配管4、搬送ガスの供給量を制御する搬送ガス流量制御器6、気化器温度を所定温度に維持する気化器温度制御装置7および凝縮器温度を一定温度に維持する凝縮器温度制御装置8を備えた揮発性物質の供給装置。(2)搬送ガス供給配管の温度を気化器温度に、気化器の温度を凝縮器温度における揮発性物質の飽和蒸気量よりも多い量が気化する温度に、凝縮器温度を必要量の揮発性物質が得られる温度に維持する前記装置の制御方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 貯留された揮発性物質液を気化する気化器と、該気化器で気化した揮発性物質ガスの一部を凝縮する凝縮器と、該気化器に搬送ガスを供給する搬送ガス供給配管と、該気化器および凝縮器を連結する連結配管と、該凝縮器の揮発性物質ガスを搬送ガスとともに系外に輸送する混合ガス輸送配管と、前記搬送ガスの供給量を制御する搬送ガス流量制御器と、前記気化器の温度を所定の温度に維持する気化器温度制御装置と、前記凝縮器の温度を一定の温度に維持する凝縮器温度制御装置とを備えたことを特徴とする揮発性物質の供給装置。

【請求項2】 前記凝縮器が、揮発性物質ガスの一部を凝縮する冷却管および凝縮した揮発性物質を捕集する凝縮液捕集器を有し、前記気化器温度制御装置および凝縮器温度制御装置がそれぞれ恒温槽を有することを特徴とする請求項1に記載の揮発性物質の供給装置。

【請求項3】 前記気化器および凝縮器のそれぞれの温度を測定する温度計と、該気化器の温度を、該気化器で気化する揮発性物質の量が凝縮器の温度における揮発性物質の飽和蒸気量よりも多くなる温度に制御し、かつ該凝縮器の温度を、必要とする量の揮発性物質が気化ガスとして得られる温度に制御する温度制御手段とを設けたことを特徴とする請求項1または2に記載の揮発性物質の供給装置。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載の揮発性物質の供給装置を使用するに際し、搬送ガス供給配管の温度が気化器の温度に維持され、該気化器の温度が凝縮器の温度における揮発性物質の飽和蒸気量よりも多い量の揮発性物質が気化する温度に維持され、さらに連結配管および混合ガス輸送配管の温度が揮発性物質ガスが凝縮しない温度に維持され、かつ該凝縮器の温度が、必要とする量の揮発性物質が気化ガスとして得られる温度に維持されるように制御することを特徴とする揮発性物質の供給装置の制御方法。

【請求項5】 請求項2または3に記載の揮発性物質の供給装置において、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量をそれぞれ測定するセンサーと、該凝縮液捕集器の凝縮液の全部または一部を前記気化器に循環させる手段と、前記センサーの信号に基づいて前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および／または気化器内の揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の循環量を制御する制御手段とを設けたことを特徴とする揮発性物質の供給装置。

【請求項6】 請求項5に記載の揮発性物質の供給装置を使用するに際し、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量を測定し、該測定値に基づいて前記凝縮液量および／または揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の循環量を制御することを特徴とする揮発性物質の供給

装置の制御方法。

【請求項7】 請求項2または3に記載の揮発性物質の供給装置において、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量をそれぞれ測定するセンサーと、該凝縮液捕集器の凝縮液を系外に排出する手段と、前記気化器に揮発性物質液を供給する手段と、前記センサー信号に基づいて前記凝縮液量および／または揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の排出量および気化器に供給する揮発性物質の供給量を制御する制御手段とを設けたことを特徴とする揮発性物質の供給装置。

【請求項8】 請求項7の揮発性物質の供給装置を使用するに際し、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量を測定し、該測定値に基づいて前記凝縮液量および／または揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の排出量および気化器に供給する揮発性物質液の供給量を制御することを特徴とする揮発性物質の供給装置の制御方法。

【請求項9】 前記揮発性物質が有機化合物または水であることを特徴とする請求項1、2、4、5および7のいずれかに記載の揮発性物質の供給装置。

【請求項10】 前記揮発性物質が有機化合物または水であることを特徴とする請求項3、6および8のいずれかに記載の揮発性物質の供給装置の制御方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は揮発性物質の供給装置およびその制御方法に関し、さらに詳しくは気体反応装置への揮発性原料物質の定量供給、例えば、小型触媒反応試験装置への液体反応物質の供給、半導体製造装置におけるドーピング物質またはCVD、VPE等の原料物質の定量供給、または特定の環境を模擬する試験装置における雰囲気ガス製造や流通ガス一般の調湿などの幅広い分野での使用に好適な、微小一定量の揮発性物質を気化ガスとして含む混合ガスの製造装置を備えた揮発性物質の供給装置およびその制御方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、所定量の揮発性物質を気化ガスとして含む混合ガスを調製する方法としては、例えば、気化する前の揮発性物質を正確な定量供給手段（対象が液体であれば例えば定量ポンプ）によって定量し、これを気化器に供給して気化させ、気化したガスを所定量の搬送ガスと混合する方法が知られている。しかし、この方法では、ごく低濃度の揮発性物質を含有する混合ガスを少量調整する場合には高精度の定量ポンプが必要であり、このような装置は非常に高価であり、また市販されていない場合が多い。たとえば、 $\pm 1 \text{ ppm}$ の濃度の精度で H_2 O含有ガスを1リットル/minで調製するには、0.8 p l（ピコリットル= 10^{-9} リットル）/m

inという高精度の定量ポンプが必要となり、このような装置は全く現実的ではない。

【0003】また、揮発性物質を搬送ガス中において一定圧力下で一定温度に保つことにより、該揮発性物質を一定の蒸気濃度で気化し、混合する方法が知られている。図6は、このような従来技術の揮発性物質の供給装置の説明図である。図6において、この揮発性物質の供給装置は、揮発性物質液63を貯留し、該物質液63を揮発性物質ガス62に気化させる気化器61と、該気化器61に搬送ガス60を供給する搬送ガス配管65と、気化器61で気化した揮発性物質ガス64を搬送ガス60とともに系外の各種機器に輸送する混合ガス輸送配管66とからなる。なお、上記気化器61は揮発性物質液63が気化できる一定の温度に保温されている。このような構成において、揮発性物質液63は、気化器61内で気化されて揮発性物質ガス（以下、単に気化ガスといふことがある）64となり、搬送ガス60に混合され、混合ガス輸送配管66を介して図示しない後続の各種機器に供給される。

【0004】このような装置において、揮発性物質63を気化器内で飽和蒸気圧に達するまで充分速やかに気化させたガス64を搬送ガス60に混合させることができれば、理想的な分圧量が安定に維持でき、後続の各種機器に供給する揮発性物質の安定した供給が可能となる。しかし、上記装置では、揮発性物質を気化させる速度に限界があるため、混合ガス中の気化ガス量は飽和蒸気圧下での理想的な分圧量よりもかなり少なくなる。それでもこの場合、搬送ガス流量と気化速度が一定に保たれるならば、動的平衡状態が維持され、安定した揮発性物質の供給を行うことが可能である。しかし、一般には、搬送ガス流量は外気温の変動による実体積の変化などの外乱を受けやすく、安定した供給が困難である。また動的平衡状態では、蒸気圧曲線から見積もった供給量よりも非常に少ない量しか搬送されないため、揮発性物質の供給量を事前に正確に予測することが困難であった。

【0005】従って、供給装置の運転（各部の温度、流量等の設定）を経験に頼らざるを得ないのが現実であり、このため、揮発性物質の混合ガス中の気化ガス濃度の精度や定量供給性が低下し、このガスを用いて測定する後続の各種機器で測定されるデータの安定性や再現性が低下し、誤差範囲が大きくなり、測定に共された製品の品質等の保証ができないという問題があった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、上記従来技術の問題を解決し、微量の揮発性物質（液体のほかに固体の昇華性物質も含む）の定量供給を安定に行うことができる揮発性物質の供給装置およびその制御方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題

について鋭意検討した結果、前段に設けた気化器部を高温に維持して過大量の揮発性物質を気化させ、その後、後段に設けた凝縮器部で気化ガスの過剰分を凝縮させて揮発性物質の飽和蒸気圧に近い状態（静的平衡に近い状態）を作り出すことにより、一定の微量の揮発性物質を安定に供給できることを見出し、本発明に到達したものである。すなわち本願で特許請求される発明は以下の通りである。

【0008】（1）貯留された揮発性物質液を気化する気化器と、該気化器で気化した揮発性物質ガスの一部を凝縮する凝縮器と、該気化器に搬送ガスを供給する搬送ガス供給配管と、該気化器および凝縮器を連結する連結配管と、該凝縮器の揮発性物質ガスを搬送ガスとともに系外に輸送する混合ガス輸送配管と、前記搬送ガスの供給量を制御する搬送ガス流量制御器と、前記気化器の温度を所定の温度に維持する気化器温度制御装置と、前記凝縮器の温度を一定の温度に維持する凝縮器温度制御装置とを備えたことを特徴とする揮発性物質の供給装置。

（2）前記凝縮器が、揮発性物質ガスの一部を凝縮する冷却管および凝縮した揮発性物質を捕集する凝縮液捕集器を有し、前記気化器温度制御装置および凝縮器温度制御装置がそれぞれ恒温槽を有することを特徴とする

（1）に記載の揮発性物質の供給装置。

【0009】（3）前記気化器および凝縮器のそれぞれの温度を測定する温度計と、該気化器の温度を、該気化器で気化する揮発性物質の量が凝縮器の温度における揮発性物質の飽和蒸気量よりも多くなる温度に制御し、かつ該凝縮器の温度を、必要とする量の揮発性物質が気化ガスとして得られる温度に制御する温度制御手段とを設けたことを特徴とする（1）または（2）に記載の揮発性物質の供給装置。

（4）（1）～（3）のいずれかに記載の揮発性物質の供給装置を使用するに際し、搬送ガス供給配管の温度が気化器の温度に維持され、該気化器の温度が凝縮器の温度における揮発性物質の飽和蒸気量よりも多い量の揮発性物質が気化する温度に維持され、さらに連結配管および混合ガス輸送配管の温度が揮発性物質ガスが凝縮しない温度に維持され、かつ該凝縮器の温度が、必要とする量の揮発性物質が気ガスとして得られる温度に維持されるように制御することを特徴とする揮発性物質の供給装置の制御方法。

【0010】（5）（2）または（3）に記載の揮発性物質の供給装置において、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量をそれぞれ測定するセンサーと、該凝縮液捕集器の凝縮液の全部または一部を前記気化器に循環させる手段と、前記センサーの信号に基づいて前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および／または気化器内の揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の循環量を制御する制御器とを設けたことを特徴とする揮発性物質

の供給装置。

(6)(5)に記載の揮発性物質の供給装置を使用するに際し、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量を測定し、該測定値に基づいて、前記凝縮液量および/または揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の循環量を制御することを特徴とする揮発性物質の供給装置の制御方法。

【0011】(7)(2)または(3)に記載の揮発性物質の供給装置において、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量をそれぞれ測定するセンサーと、該凝縮液捕集器の凝縮液を系外に排出する手段と、前記気化器に揮発性物質液を供給する手段と、前記センサー信号に基づいて前記凝縮液量および/または揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の排出量および気化器に供給する揮発性物質の供給量を制御する制御器とを設けたことを特徴とする揮発性物質の供給装置。

(8)(7)の揮発性物質の供給装置を使用するに際し、前記凝縮液捕集器に捕集された凝縮液量および気化器内の揮発性物質液量を測定し、該測定値に基づいて前記凝縮液量および/または揮発性物質液量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液の排出量および気化器に供給する揮発性物質液の供給量を制御することを特徴とする揮発性物質の供給装置の制御方法。

【0012】(9)前記揮発性物質が有機化合物または水であることを特徴とする(1)、(2)、(4)、

(5)および(7)のいずれかに記載の揮発性物質の供給装置。

(10)前記揮発性物質が有機化合物または水であることを特徴とする(3)、(6)および(8)のいずれかに記載の揮発性物質の供給装置の制御方法。

【発明の実施の形態】以下、本発明を図面により説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0013】図1は、本発明の一実施例を示す揮発性物質の供給装置の説明図である。図1において、この供給装置は、貯留された揮発性物質液の気化を行う気化器1と、該気化器1で気化した揮発性物質ガスの一部を凝縮する凝縮器3と、該気化器1に搬送ガスを供給する搬送ガス供給配管2と、該気化器1および凝縮器3を連結する連結配管5と、該凝縮器1の揮発性物質ガスを搬送ガスとともに系外に輸送する混合ガス輸送配管4と、前記搬送ガスの供給量を制御する搬送ガス流量制御器6と、前記気化器1の温度を所定の温度に維持する気化器温度制御装置7と、前記凝縮器3の温度を一定の温度に維持する凝縮器温度制御装置8とを備える。このような装置において、N₂、He、H₂、空気などの搬送ガスは、搬送ガス流量制御器6でその流量が調節されて気化器1に供給され、該気化器1で気化された揮発性物質ガスと混合される。この混合ガスは連結配管5を介して凝縮器

3に供給され、混合ガス中の揮発性物質ガスの一部が凝縮され、残りの揮発性物質ガスと搬送ガスの混合ガスが混合ガス輸送配管4を介して図示しない後流の各種機器に供給される。

【0014】前記気化器1の温度は気化器温度制御装置7により該気化器で気化する揮発性物質量が凝縮器3の温度における該物質の飽和蒸気量より多くなる温度に設定され、その後流の凝縮器3の温度は、後流の各種機器で必要とする揮発性物質の量が気化ガスとして存在できる温度に設定されている。従って、凝縮器3において、気化器1で発生した過剰量の気化ガス(揮発性物質ガス)を凝縮させることができ、後流の各種機器に供給する揮発性物質ガスを凝縮器の温度における飽和蒸気圧に近い状態(静的平衡に近い状態)にすることができるため、理論量に近いガスを安定して供給することができ、その供給量の変動幅も大幅に少なくすることができる。なお、気化器1で気化する揮発性物質の量、凝縮器3で凝縮する凝縮量および外部への揮発性物質の供給量の制御は、気化器1および凝縮器3の温度だけでなくこれらの圧力を制御しても行うことができる。

【0015】図2は、本発明の他の実施例を示す揮発性物質の供給装置の説明図である。図2において、図1と異なる点は、凝縮器3を揮発性物質ガスの一部を凝縮する冷却管31および凝縮した揮発性物質を捕集する凝縮液捕集器32で構成し、前記気化器温度制御装置7および凝縮器温度制御装置8として、シリコンオイル22、33がそれぞれ充填された気化器恒温槽20および凝縮器恒温槽30を設置し、搬送ガス供給配管2の一部の配管を予熱配管21として気化器恒温槽20のシリコンオイル22内を通過させるようにした点である。

【0016】このような構成において、気化器1は図示しないヒーター等で加熱されたシリコンオイル22により加熱され、揮発性物質液11を気化させる。気化器1の揮発性物質液11には、搬送ガス流量制御器6を介して搬送ガス供給配管2より一定量の搬送ガスが供給され、気化した揮発性物質ガス12は該搬送ガスに同伴して連結配管5を介して冷却管31に供給される。冷却管31と凝縮液捕集器32は、凝縮液恒温槽30に充填されたシリコンオイル33を介して所定温度(気化器1の温度よりも低く、後流で必要とされる揮発性物質が得られる温度)に維持されており、冷却管31に供給された揮発性物質ガス12は、該温度での過剰分の揮発性物質を凝縮し、凝縮した揮発性物質液が凝縮液捕集器32に捕集される。その後、凝縮せずに残った該温度での飽和蒸気量相当分の揮発性物質ガス12が搬送ガスに同伴されて混合ガス輸送配管4を介して系外の機器、例えばリアクター等へ輸送される。

【0017】このような供給装置によれば、気化器1および凝縮器3の温度をそれぞれの恒温槽20、30により一定に維持でき、また凝縮器3が冷却管31と凝縮液

捕集器32で構成されるため、凝縮液と混合ガスを確実に分離することができ、さらに気化器に供給する搬送ガスの温度を予熱配管21により該気化器1の温度と同じ温度に維持できるため、長期わたる安定した揮発性物質の連続供給が可能となる。

【0018】本発明において、凝縮器恒温槽30内の冷却管31は、揮発性物質ガスの凝縮による冷却管の閉塞を防止するため、凝縮器恒温槽30の上部から下部に凝縮液が流れるように設置するのが好ましい。また、気化器1と冷却管31を連結する連結配管5および混合ガス輸送配管4のシリコンオイルから露出する部分は、外気温の影響を避けるためにヒーターなどにより充分に加熱保温することが好ましい。特に混合ガス輸送配管4を揮発性物質の沸点以上の温度に加熱保温することは、揮発性物質ガスの凝縮を防止して後段の機器への供給量を安定させる点で好ましい。

【0019】また上記供給装置を使用する際には、気化器恒温槽20の温度を、凝縮器恒温槽30の温度における揮発性物質の飽和蒸気量よりも多い揮発性物質を気化させることができる温度（例えば、凝縮器恒温槽30の温度よりも高い温度）に維持し、かつ凝縮器恒温槽30の温度を、後流の各種機器で必要とする量の揮発性物質が気化ガスとして得られる温度に維持するようにそれぞれの温度を制御することことが好ましい。図3は、本発明のさらに他の実施例を示す揮発性物質の供給装置の説明図である。図3において、図2と異なる点は、気化器恒温槽20および凝縮器恒温槽30のシリコンオイル22、33の温度をそれぞれ測定する温度計23、24を設置し、測定された温度に基づいて気化器恒温槽20および凝縮器恒温槽30のそれぞれの温度を所定温度に制御する温度制御器40を設けた点である。

【0020】この装置において、気化器加熱槽20の温度は、気化器1で気化する揮発性物質の量が、凝縮器恒温槽の所定温度における該物質の飽和蒸気圧から求められる理論値（飽和蒸気量）よりも多くなる温度で、かつ加熱により該揮発性物質が変質しない程度の温度になるよう制御されて維持される。一方、凝縮器恒温槽30の温度は、搬送ガス流量との関係も考慮し、例えば、揮発性物質の揮発量に対して搬送ガスが相対的に多すぎないように考慮してコンピュータにより自動計算され、少なくとも揮発性物質の飽和蒸気量であって所望の供給量が得られる温度に制御される。このような供給装置によれば、気化器恒温槽20および凝縮器恒温槽30の温度を所望の温度に自動制御することができるため、より安定した温度制御が可能となり、結果としてより安定した揮発性物質の供給が可能となり、また長期間の無人運転も可能になる。また各恒温槽の温度を所定時間で変化させるような制御を行うことにより、揮発性物質濃度を時間的に変化させる運転も可能となる。

【0021】図4は、本発明のさらに他の実施例を示す

揮発性物質の供給装置の説明図である。図4において、図2と異なる点は、凝縮液捕集器32に捕集された凝縮液量および気化器1内の揮発性物質量をそれぞれ測定するセンサー24、35と、該凝縮液捕集器32の凝縮液37の全部または一部を前記気化器1に循環させる配管36と、配管36に設けられた凝縮液37の循環量を調節するポンプ42および弁43と、前記センサー24、35の信号に基づいて凝縮液捕集器32に捕集された凝縮液量および/または気化器1内の揮発性物質量が一定となるように、間欠的または連続的に、凝縮液37の循環量を制御する制御器41とを設けたことである。

【0022】この装置において、凝縮液捕集器32に捕集された凝縮液37の捕集量と気化器本体の揮発性物質液11の残量がそれぞれセンサー24、35を介して制御器41にモニターされ、捕集された凝縮液37の捕集量および/または気化器1の揮発性物質液11の残量が所定量に達したことを検出した場合に、弁43を開けてポンプ42を運転させ、凝縮液37の全部または一部を気化器1に還流させて所定量還流した後、弁43を閉じるように制御される。このような装置によれば、凝縮液捕集器32に捕集された揮発性物質を無駄にすることなく全て有効利用することが可能になる。また本装置は対象となる揮発性物質が水などのように長時間の加熱に対して安定である物質や、揮発性物質が高価な場合に特に有用である。さらに揮発性物質の気化器への補充および凝縮器からの排出が長期間に亘って不要になるため長期間の連続無人自動運転を行うことが可能となる。

【0023】図5は、本発明のさらに他の実施例を示す揮発性物質の供給装置の説明図である。図5において、図2と異なる点は、凝縮液捕集器32に捕集された凝縮液37の捕集量と気化器1の揮発性物質液11の残量をそれぞれ検出するセンサー24、35と、捕集された凝縮液37の捕集量および/または気化器1の揮発性物質液11の残量が所定量に達したことを検出した場合に、凝縮液37の全部または一部を排出するための配管47、ポンプ46および排出弁48と、気化器1に新しい揮発性物質液を供給するための配管50、ポンプ44および揮発性物質液タンク45を設け、さらにこれらを自動制御する制御器49を設けたことである。

【0024】この装置において、凝縮液捕集器32に捕集された凝縮液37の捕集量と気化器1の揮発性物質液11の残量がセンサー24、35を介して制御器49にモニターされ、捕集された凝縮液37の捕集量および/または気化器1の揮発性物質液11の残量が所定量に達したことを検出した場合に、排出弁48を開き、ポンプ46を動作させて凝縮液37の全部または一部を排出し、その後、排出弁48を閉じると同時に又は前後してポンプ44を動作させて気化器1に新しい揮発性物質液を所定量供給するように制御される。このような装置に

よれば、揮発性物質が有害物質である場合には作業者が直接該揮発性物質に触れることなく、揮発性物質の気化器へ供給と凝縮器からの排出を長期間無人の状態ですべて自動運転が可能となる。また揮発性物質がその運転中の気化器温度および／または凝縮器温度で変質しやすい物質である場合には、常に新しい該揮発性物質を供給することができるとともに、変質した物質を自動的に排出することにより、該変質した物質が気化して搬送ガスに混入する危険性を減少させることができる。

【0025】本発明に用いられる搬送ガスは、揮発性物質の種類および後段の各種機器での工程に応じて適宜選択することが好ましく、例えば、用途にもよるが揮発性物質に影響を与えないことが要求される場合には、例えばN₂、Heなどの不活性ガスまたは水素ガス、空気などを用いるのが好ましい。また本発明に用いられる揮発性物質には特に制限はなく、その用途に応じて適宜選択して用いられ、例えば、有機化合物や水が挙げられる。有機化合物の場合、単体で揮発性を有しない金属でも有機金属化合物とすることにより微量の気化ガスを安定して供給することができる。また有害な有機化合物（例えばベンゼン環を有する毒性物質）を用いる小型試験装置への該物質の微量の安定供給にも適用することができる。特に微量の有機有害物質を含有するガスを製造する場合に有用である。揮発性物質が水である場合には、特定の環境を模擬する試験装置などでの雰囲気ガスの含有水蒸気量の制御や流通ガス一般の調湿を行うことが可能となる。

【0026】

【実施例】以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例1

* 図2の供給装置を用いて下記の条件で運転し、後段の機器（リアクター）への揮発性物質（o-クロロフェノール）の供給量を測定した。

<運転条件>

揮発性物質：o-クロロフェノール

搬送ガス：N₂

搬送ガス流量：5 sccm（毎分5cc）

凝縮器恒温槽の温度：67℃、69℃、77℃

気化器加熱槽の温度：110℃

10 冷却管：内径2mm、全長6mのステンレス管

連結配管：リボンヒータとアルミホイルを用いて130℃に加熱し、保温した。

輸送配管：リボンヒータとアルミホイルを用いて200℃に加熱し、保温した。

サンプリング：供給されたガスを後段でアセトントラップにて捕集し、ガスクロマトグラフにより定量した。

【0027】<実験1>凝縮器恒温槽の温度を69℃に設定して試験した結果、凝縮器恒温槽の温度69℃でのo-クロロフェノールの飽和蒸気圧から計算される理論供給量41.4mg/hrに対し、実際に測定されたo-クロロフェノールの供給量は39.5mg/hrであった。このo-クロロフェノールの供給量は上記理論量の95%に相当する量であり、静的平衡に近い状態で運転されていることが判った。

<実験2>凝縮器恒温槽の温度を67℃、69℃、70℃、77℃にそれぞれ設定した場合について、o-クロロフェノールの供給量を各4回測定した。この結果を表1に示したが、o-クロロフェノールの供給量の変動は±1%以内であることが判った。

30 【0028】

* 【表1】

温度	測定1	測定2	測定3	測定4	平均	変動幅
67℃	35.0	35.4	35.5	34.9	35.2	0.9%
69℃	39.6	39.4	39.3	39.5	39.5	0.4%
77℃	55.3	55.7	54.9	55.6	55.4	0.7%

*）温度：凝縮器恒温槽の温度

測定値：o-クロロフェノール供給量（単位mg/hr）。

変動幅：（（その温度での最大値－最小値）／2）／全測定値の平均。

【0029】実施例2

実施例1において、図3の供給装置（温度自動制御型）を用いた以外は実施例1と同様の試験（実験1）を行った。その結果、4回の測定の平均が39.8mg/hrであり、理論値の96%量が供給されていることが判った。

【0030】比較例1

図6の従来の供給装置を用いて下記の条件で運転し、o-クロロフェノール供給量を測定し、その結果を表2に※50

※示した。

<運転条件>

揮発性物質：o-クロロフェノール

搬送ガス：N₂

搬送ガス流量：5 sccm（毎分5cc）

気化器の温度：69℃

サンプリング：供給されたガスを後段でアセトントラップにて捕集し、ガスクロマトグラフにより定量した。

【0031】

【表2】

測定1回目	測定2回目	測定3回目	測定4回目
6.2mg/hr	4.6mg/hr	7.0mg/hr	4.9mg/hr

この装置では、飽和蒸気圧に達するように十分に気化器中で α -クロロフェノールが気化供給できると仮定した場合の理論供給量が41.4mg/hrであるのに対し、実際に得られた混合ガス中の α -クロロフェノール量はその11~17%に過ぎない量であり、変動幅も非常に大きかった。

【0032】

【発明の効果】本発明（請求項1~10に係る発明）によれば、気化器の温度を、気化器で気化する揮発性物質量が凝縮器の温度における該物質の飽和蒸気量より多くなる温度に設定することができ、またその後流の凝縮器において過剰量の該物質を凝縮させ、外部へ供給するガスを凝縮器温度における飽和蒸気圧に近い状態（静的平衡に近い状態）にすることができるため、理論量に近いガスを安定して供給することができ、その供給量の変動幅も大幅に少なくすることが可能となる。また気化器および凝縮器の温度を恒温槽により一定に維持することが可能となりより安定した運転が可能となり、また凝縮器を冷却管と凝縮液捕集器で構成することにより凝縮液と混合ガスを確実に分離できるとともに長時間の連続運転が可能となる。さらに気化器および凝縮器の温度を自動制御することにより、より安定した温度制御が可能となり、また長期間の無人運転も可能になる。また各部の温度を所定時間で変化させるような制御を行うことにより揮発性物質濃度を時間的に変化させるような運転も可能となる。

【0033】さらにまた凝縮器で捕集された揮発性物質を自動的に気化器へ還流させることにより、揮発性物質が高価である場合揮発性物質を無駄にすることなく使用することができるとともに、揮発性物質の気化器への補充および凝縮器からの排出が長期間に亘って不要になるため、長期間の連続無人自動運転を行うことが可能となる。また揮発性物質が有害物質である場合に作業者の環境衛生上の点でも優れた効果が得られる。さらにまた揮発性物質が熱分解しやすい場合には、凝縮器で捕集された揮発性物質を気化器に循環させることなく、凝縮液の自*

* 動排出と新たな揮発性物質の気化器への供給手段を設けることにより、常に新しい揮発性物質の供給が可能となり、また変質物質が供給されるのを防止することができる。さらにまた揮発性物質として有機化合物を用いることにより、単体では揮発性を有しない金属でも微量の気化ガスを安定して供給することが可能となる。また有害な有機化合物（例えばベンゼン環を有する毒性物質）を用いる小型試験装置への該物質の微量の安定供給にも適用することができる。また揮発性物質として水を用いることにより、特定の環境を模擬する試験装置などでの雰囲気ガスの含有水蒸気量の制御や流通ガス一般の調湿を行うことが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例を示す揮発性物質の供給装置（基本型）の説明図。

【図2】本発明の他の実施例を示す揮発性物質の供給装置（基本型）の説明図。揮発性物質の供給装置（基本型）の説明図。

【図3】本発明の他の実施例を示す揮発性物質の供給装置（自動制御型）の説明図。

【図4】本発明の他の実施例を示す揮発性物質の供給装置（循環型）の説明図。

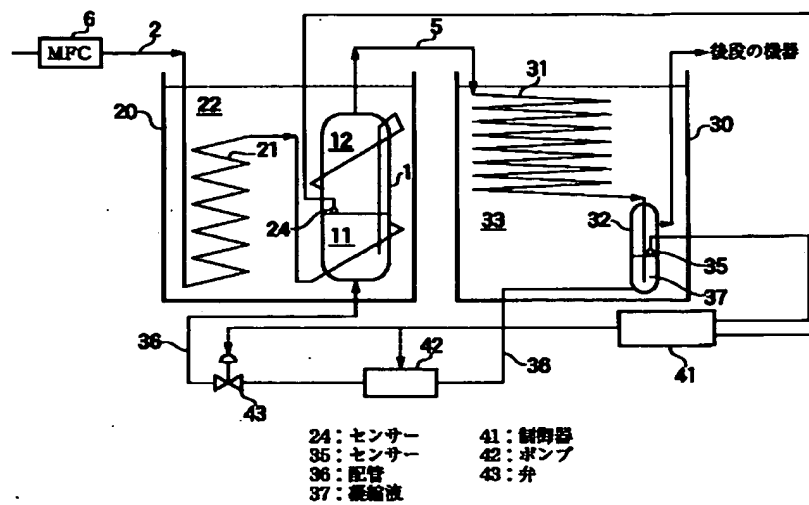
【図5】本発明の他の実施例を示す揮発性物質の供給装置（排出供給型）の説明図。

【図6】従来技術の揮発性物質の供給装置の説明図。

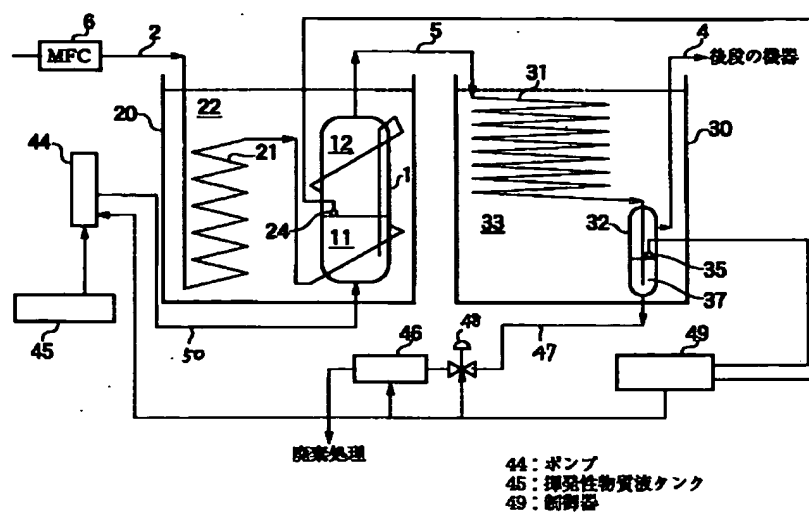
【符号の説明】

1…気化器、2…搬送ガス供給配管、3…凝縮器、4…混合ガス搬送配管、5…連結配管、6…搬送ガス流量制御器、7…気化器温度制御装置、8…凝縮器温度制御装置、11…揮発性物質液、12…揮発性物質ガス、20…気化器恒温槽、21…予熱配管、22、33…シリコンオイル、30…凝縮器恒温槽、31…冷却管、32…牛宿液捕集器、23、34…温度計、40…温度制御器、24、35…センサー、36…配管、37…凝縮液、41…制御器、42…ポンプ、43…弁、44…ポンプ、45…揮発性物質液タンク、49…制御器。

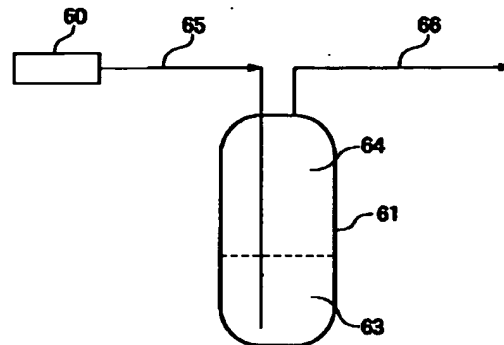
【図4】



【図5】



【図6】



60: 搬送ガス
 61: 気化器
 63: 揮発性物質液
 64: 揮発性物質ガス
 65: 搬送ガス配管
 66: 混合ガス輸送ガス

フロントページの続き

(72)発明者 稲葉 利晴
 千葉県市原市八幡海岸通1番地 三井造船
 株式会社千葉事業所内

Fターム(参考) 4G068 AA02 AB02 AB04 AC05 AC16
 AC20 AD21 AE01 AE06 AE10
 AF13 AF31 DA04 DA07 DB02
 DB03 DD08 DD15
 4K030 AA09 AA11 AA24 EA01 KA41
 5H023 AA40 BB03 CA01 CB02 CB23
 CB32 CB33 CB35 CB40 CB44
 DA01 EE14 EE16 EE17 FF04
 FF10 HH02 JJ06 JJ10 KK05